



示差走査熱量計 DSC 300 Caliris® シリーズ

Method, Technique, Applications

Analyzing & Testing



DSC 300 Caliris[®] Series

物性の研究では、研究開発、品質管理、受託試 験、応用のための物性調査などのあらゆる場 面において、温度や雰囲気が変化したときに 物質の挙動がどのように変化するのかを正確 に把握することが重要です。

DSC 300 Caliris® 活用例:

- 材料物質同定
- プロセス最適化
- 品質管理
- 状態図作成
- 反応速度論的解析
- 相溶性評価

DSC測定主要項目

- 融点 / エンタルピー
- 結晶化温度 / エンタルピー
- 比熱容量
- 固体脂肪含量 (solid-fat content)
- 多形性
- 固体一固体 相転移
- ■液体―結晶 相転移
- 結晶化度
- 硬化(度)
 ガラス転移
- 酸化安定性
- エイジング
- 純度
- 分解開始温度

DSC 300 Caliris® - 物性評価に最適な DSC 測定装置 高いデータ信頼性とさまざまな優れた機能をご提供

DSC (示差走査熱量計) 世界中で広く活用されている熱分析手法

熱流束 DSC は試料容器に流入する熱流量と基準物質容器に流入する熱流量の差を温度や時間の関数として測定する技法で、ISO 11357 に規定されています。DSC 測定では試料と基準物質を同一の温度 / 時間 プログラムと雰囲気で制御します。

DSC 300 Caliris®は ASTM E793、ASTM E967、ASTM E968、ASTM E794、ASTM E1356、DIN 51007など、各種の DSC 関連規格に準拠しています。



試料の吸熱/発熱反応を高精度に計測し 測定結果を速やかに評価することができます。 モジュール設計 – 使用目的の必要性に応じて装置構成を変更

新素材の開発競争が加速し、テーマとなる話題や技術トレンドが目まぐるしく移り 変わるなかで、ニーズの変化に適応し続けられる力が求められています。 DSC 300 Caliris® Supreme /Select はモジュール設計をコンセプトとした 新世代のDSCで す。同種のDSC装置では初となる、着脱交換式の加熱炉センサーモジュールを採用 しました。

Supremeバージョンでは付属のモジュールを自由に交換して、現在のニーズだけでな く将来的に発生するニーズにも対応していくことができます。Selectバージョンでは 温度範囲、昇温速度、感度など測定用途の重点項目に応じてご購入時にモジュール をお選びいただけます。

DSC 300 Caliris[®] Supreme & Select

NETZSCH の次世代型DSC 機能と予算 両方のニーズに応える高性能装置





DSC 300 Caliris® Supreme - 未来志向の選択

Supremeバージョンは将来を見据えた投資効果を発揮する、史上初のマルチモジュ ールDSCです。三種類の着脱交換式モジュールが付属しており、-180 °C ~ 750 °Cと 他に類を見ない広範な温度に対応した装置構成を実現します。また今後は本バー ジョンの基本ユニットと互換性を持つ新しいモジュールの追加販売が予定されてお り、最新技術を導入したり、新しい用途に対応したりと、装置の可用性を継続的に拡 大していくことができます。構成上の制約もなく、自由にモジュールを使用していた だくことが可能です。

DSC 300 Caliris® Select – 用途に応じた構成

Selectバージョンではご購入時にモジュールをひとつお選びいただきます。最大温度範囲は -170 ℃ ~ 650 ℃。同じモジュールと交換可能で、たとえば故障の場合などはダウンタイムが最小限に抑えられます。

リモート使用時の操作性とステータス確認機能の向上

本装置では測定実行中の装置に関するあらゆる情報が可視化されます。まず装置の全体的な状態はLEDステータスバーに反映されます。また、重要な情報が随時表示される一体型のタッチディスプレイモニターでは次のような機能が提供されます。

- タッチ画面から測定を開始
- 測定の進捗状況や残り時間を把握
- 雰囲気ガス、アイドリング、温度などの状態を確認
- 最近実行した測定や新規に追加した測定の一覧表示

タッチディスプレイモニターとLEDステータスバーはSupreme/Selectの両機種に 搭載されています。オプションのオートサンプルチェンジャーもご使用いただけます。

測定試験のワークフローを効率化

実験や分析の現場で記録されるデータの量は増加の一途をたどっています。ワークフローを円滑にするには、記録した収集データを整理し、次回以降の試験や最終報告に活用できる状態を維持することが重要なポイントになります。また、測定プロットの評価や比較は難しく繊細な作業です。NETZSCHは評価アルゴリズムとデータ比較ツールを備えた高機能のソフトウェアを提供し、ワークフローを効率化します。さらに、優れた接続性を備え、複数の場所や異なる方法でのデータ共有を可能にする新技術、LabV®-Primedを搭載しました。

LabV®-Primed® – デジタルラボの活用

クラウドソリューション LabV の導入により、DSC 300 Caliris® ではメーカーを問わずす べての周辺機器を接続して試験データを一箇所に集約させ、分析と予測に必要な データベースを構築できるようになりました。測定試験のワークフローを最適化す るには、大量のデータを記録しながら使いやすく整理していくことが重要です。ま た、収集したデータを活用して予測を立てることができれば、材料品質や部品性能 の向上に役立ちます。

LabV®はすべての解析メソッドをつなげて、より自由度の高いプロジェクト運営と品 質予測を可能にします。DSC 300 Caliris® はLabV®にデフォルト対応しており、容易に導 入することができます。



Now as Easy as Slipping on a Different Pair of Shoes

DSCの性能をカスタマイズ

本装置には現在のところ3種類のモジュールが提供されています。各モジュールは加熱炉とセンサーが装備されており、SupremeとSelectの両バージョンでほぼ同様にご使用いただけます。モジュールの違いが装置性能の差となります。

Supremeバージョンの特長はあらゆるモジュールに対応できることです。ユーザーは簡単に、そして自由にすべてのモジュールを交換しながら使用できます。今後は追加販売される新しいモジュールを搭載することで、いつでも最新機種としてお使いいただけます。また、Supreme バージョン対応の高性能モジュールでは-180 ℃ ~ 750 ℃と、同種の DSC 装置ではもっとも広い温度範囲を実現しています。

Select バージョンではご購入時にモジュールをひとつ選択していただきます。最大温度範囲は-180 ℃~650 ℃です。



異なるニーズに対応する 3つのモジュール

H-Module





高感度と高精度を備えた高機能モジ ュールです。完璧なベースラインを 導出し、再現性も卓越しています。同 種のDSC装置では最高性能を誇り ます。このモジュールは Supreme バー ジョンに対応しており、低時定数と高 感度を同時に実現し、本装置で使用 可能な -180 ℃~750℃の全温度範 囲をカバーします。また、測定セルに は照明が付属しているため、試料容 器のセッティン グやセンサーの汚れ 確認を容易におこ なうことができま す。

Hモジュールと高感度Hセンサーは 産学官の先端材料研究開発を理想 的な形でサポートします。 ポリマーモジュール -170°C~600°C スタンダードモジュール -170℃~600℃

0

ポリマー分野のニーズに特化したモジュールです。用途に最適化された 低質量加熱炉は広範な温度に対応 し、最大 500 K/min での昇温が可能 です。実際の加工条件をシミュレー ションした温度プロファイルを得る ことができ、測定を高速化して貴重 な時間を節約します。 Pモジュールはポリマー関連産業の 研究開発や品質管理にベストなソリ ューションを提供します。 日常的な測定業務に十分な安定性 を備え、熱的反応の解析に最適化さ れたモジュールです。センサーディス クと熱電対の溶接処理にはレーザ ーを導入し、高感度と高耐久性を実 現しました。安定計量性と高分解能 を備えたモノリシックセンサーを採 用しています。

Sモジュールは取り扱いが簡単で、ル ーチン化された測定が主業務となる 企業や委託研究機関に選ばれてい ます。



DSC 300 Caliris® Classic

品質管理と教育に最適

万全でない環境でも 最適な条件で測定が可能

ガス密閉式の測定セルは、正確な測定のために最適な 大気条件を提供します。ガス流量は、プログラムでオン・ オフ可能な3つのマグネットバルブで調整できます。オプ ションでマスフローコントローラーも使用できます。これ は、酸化誘導時間/温度(OIT)の測定に特に適していま す。

さらに、セルの気密性により、環境湿度がDSCシステムに 影響しません。これは、結露による問題を最小限に抑える ことができるため、湿度の高い地域では特に有効です。

優れたコストパフォーマンス

モノリシックDSCセンサーは、過酷な環境条件下でも安定し、最適な分解能を提供します。センサーディスクと熱 電対ワイヤーはレーザー溶接されており、高感度と堅牢 性を実現しています。

セルやセンサーが不意に汚染された場合でも、600℃ま での温度範囲であれば、汚染物質を焼き切ることで簡単 に洗浄できます。さらに、巧みに設計されたコネクターに より、様々な冷却システムを素早く簡単に取り付けること ができます。

コンパクトなデザインで 研究室の省スペース化を実現

DSC 300 Caliris® Classicはスリムなデザインで、最小限のスペースで使用できます。研究室のスペースは限られていることが多いため、DSC 300 Caliris® Classicとイントラクーラーのような冷却アクセサリーを組み合わせたコンパクトなデザインは、最適な選択となります。この装置は生産ラインでの使用にも最適で、QA/QC目的の生産環境にも簡単に設置できます。





ルーティンを簡単に

気密性の高いDSC 300 Caliris® Classicは、工業分野の品質 管理や受託分析の日常的な測定に適しているだけ でなく、教育の分野におけるプロジェクトにも最適で す。高感度で高性能な分析装置でありながら、堅牢で 使いやすいという利点を兼ね備えています。

DSC測定用クイックスタートシステム

DSC 300 Caliris® Classicは、研究室に示差走査熱量計を手軽に導入できる装置です。装置のセットアップと校正が完了したら、簡単で使いやすいSmartModeのユーザーインターフェイスに従って測定パラメーターを定義します。

測定が終わると、AutoEvaluation (自動評価)とIdentify (同定)の ソフトウェア機能が、既知の参照値や文献値と測定結果を 比較します。これらのルーチンにより、測定曲線の評価が可 能になり、未知のサンプルを評価する際のセカンドオピニ オンとして利用できます。Identifyデータベースシステムは、 材料を検証し、品質保証試験を行うことができます。

魅力的な費用対効果を 持つ優れた装置









装置状態を目視でチェック - LED ステータスバー

本装置には装置状態を目視で確認 できるLEDライト表示を採用しまし た。ステータスに応じてライトの色 が変化します。この表示により測定が 順調に進捗しているかどうかを、PC にログインせずに離れたところか確 認できます。 次のようなステータスが判別できま す。

- スタンバイOK
- 測定実行中
- 進捗状況
- 加熱 / 冷却 セットポイント到達
- ユーザーとの操作要求
- エラー

生産性と作業効率を向上さ せる新しいユーザーインタ ーフェース

Proteus®ソフトウェアで事前に準備 したデータを用いて一体型のカラー ディスプレイモニターから測定を開 始することができます。画面に表示 されたボタンをタッチするだけで、 装置のセットアップが完了し、ステ ータスバーに反映されます。実際に 測定を開始する前には最終確認を おこないます。 画面には随時、次のような確認項目 が表示されます。

- 画面タッチによる測定開始
- 測定のステータス
- 前回の測定内容
- 測定の進捗状況や残り時間
- 雰囲気ガス、アイドリング、温度の状態
- 評価済の測定結果の即時把握

センサーガイドライト-試料容器の正しい位置決 めが簡単に

DSC 300 Caliris® Supreme の照明付きセルは、試料容器の設置が簡単にできます。信頼性の高い測定結果は、センサー上の試料容器と参照容器の正しい位置にも依存します。 研究室の照明条件は必ずしも理想的であるとは限りません。その場合、センサーに照明をあてることで、センサーに照明をあてることで、センサー上への試料の設置が非常に容易になります。



AutoEvaluation (自動評価): 測定終了後は結果データを客観的に評価

測定の設定で「AutoEvaluation」機能を有効にしておくと、測定終了直後にデータの自動評価を実行します。こうして測定 で得られた DSC 曲線を客観的に評価することができます。また、取得した元のシグナルデータは保持され、自動評価 の画面と表示を切り替えながら確認することもできます。



測定中に測定プロット、現在温度、ガスが表示されます。

AutoEvaluationが設定されている場合、測定後、ディスプレイ上で自動評 価を行うことができます。



Proteus[®] Software

SMARTMODEで瞬時に測定開始

 ARS ARS Argenteris abstrations dynamic substration A riske_IMMET	SAN III	ASA	SB Starte Statestates confere 2 cost_mark	PS Notices 1 M. Marc
R-L0	e M-LLD	PE-HD	PE-CHANN	E DA
PP (scontartic)	e ra	PVCP	PVC-0	PVDC Non-merce Emercement
PVAL P	e RA Nepada 14.1071	e PA11	PAS2 Projecom 12 & malignature	Province of a sub-state

Pre-defined methods in the Proteus® software

SmartModeでルーチンワーク – 追加も選択も不要

SmartModeは品質管理の現場で頻繁に必要となるルーチン測定に特化した設計になっており、直感的なインターフェースから測定条件を簡単に設定できます。手順を明確に定義しておけば、測定の準備や開始もすばやくスムーズにおこなうことができます。ウィザード(簡易ルーチン)による測定や、測定メソッドのユーザー定義、予備定義メソッドの提供など、測定作業を便利にサポートする機能が充実しています。

ExpertMode - 無限の可能性

ExpertModeはProteus®の機能を最大限に活用したいユーザー向けに設計されています。 きわめて複雑な測定タスクにも対応でき、制限なく使用できます。

Workspaces – Proteus®Analysisのフル機能をカスタマイズ

Proteus®Analysisを頻繁に使用するユーザーには、利用可能なすべての機能を処理することが負担になる場合があります。Proteus® Workspaceでは、Proteus® Analysisのメニューとツールバーのアイコンを毎日のルーチン作業に合わせてカスタマイズできます。よく使う項目を前面に配置し、ほとんど使用しないかまたは全く使用しないオプションを非表示にして、好みの設定を個人用ワークスペースとして保存することができます。1台のワークステーションを複数のユーザーで操作する場合は特に便利な機能です。カスタマイズしたスペースと共通スペースは簡単に切り替えることができます。

AutoEvaluation & Identify – 結果解析のスピード向上を支援



①~④ ポリエーテルエーテルケトン樹脂 (PEEK) 試料の測定データにAutoEvaluation / Identifyを適用

AutoEvaluation

測定終了直後に結果データを客観的に評価

AutoEvaluationは市販のDSC装置で初となる自律型評価ルーチンシステムです。ユーザーの判断による入力操作をおこなわずに、未知試料のガラス転移温度、融点、融解エンタルピーなどを完全に自動で評価します。酸化誘導時間/温度(OIT)は関連の規格に準拠したTangent - Offset 法を用いて等温試験および動的試験による評価をおこないます。

レポート作成ツール

会社ロゴ、表、グラフ、コメント欄などを含むレポートテン プレートを簡単にカスタマイズ作成できます。Proteus® ソフトウェアにはデフォルト設定でテンプレートとしてい くつかのレポートサンプルも提供されています。

Identify

データベースから試料を比較・同定

Identifyはデータベースの比較により、測定データから試料物質の識別と分類をおこなうことができる独自のソフトウェアツールです。個別の曲線や文献データを1対1で比較するだけでなく、指定した曲線が特定のクラスに属するかどうかを確認することもできます。

「クラス」とはある物質の曲線や合否判定試験用の標準 曲線からなる分類で、物質同定や品質管理の基準として 利用します。NETZSCHが提供するデータベースライブラ リーには、さまざまな応用分野に対応するポリマー、有 機物、医薬品、無機物、金属/合金、セラミックなどの約 1300の項目が含まれています。 さらにKI MW*データベースには市販のポリマー製品 1150種のDSC曲線が収録されています。

ユーザーは必要に応じてIdentifyのデータを拡張して、制限なしに独自のデータを追加できます。通常の場合はすべての測定結果と有用な測定条件をデータベースエントリーとして格納できます。

* KIMW = Kunststoff-Institut Lüdenscheid, Germany

Proteus® Search Engine – 効率的にデータを管理

試料や測定条件設定が異なる場合に測定データや評価データを処理するときは、データに直接アクセスして指定した条件で抽出や並べ替えができると非常に便利です。Search Engine(検索エンジン)はあらかじめ設定したディレクトリーと測定データを自動的に同期し、直ちにフィルタリングを実行します。測定曲線や解析ステータスはワンクリックでプレビュー表示できます。

個別の検索条件に名前(例: "MyPolymers")を付けて保 存したり、既存の検索データ に切り替えたりすることもで きます。データ検索とパター ン分析をおこなう、強力な データ管理ツールです。



Proteus® Search Engineの機能

- 効率的なデータ管理
- データへの直接アクセスと
 条件別の並べ替え
- 保存データのプレビュー
- ファイルを開かずに測定と解 析のプレビューを素早く表示
- 簡単にデータを検索
- 装置名、メソッド、オペレータ ー名、ファイル名、シグナル、 日付、測定条件、反応の評価 など、さまざまな条件で検索 を実行

Proteus® Search Engine and LabV®

LabV[®]-primed

LabV® – デジタルラボの活用

NETZSCHの装置は、LabV®データ管理プラットフォームと互換性がありま す。LabV®は、方法やデバイスに関係なくデータ収集を自動化し、データを整 理、分析、探索するためにデータを一箇所に集約させ、分析と予測に必要な データベースを構築できるユーザーフレンドリーなソフトウェアです。 LabV®のAI搭載デジタルアシスタントはデータ分析を簡素化し、利用者は労力 をかけずに簡単に知見を見つけることができます。ChatGPTのような自然言 語処理を使用しているため、利用者は簡単な操作で測定データを視覚化した グラフを作成することで、傾向を把握し、複雑な相関関係を明らかにすること ができます。

LabV®の機能

- ラボ作業の自動化
 試験プロセスの合理化と全
 機器の接続
- クラウドソリューション
 品質管理業務の改善
 システムによるデータ考察、
 自動アラート機能、直感的操
- 目動パラート機能、単感的操 作でのデータ管理などが業 務をサポート ■ **開発スピード向上**
- ラボデータの活用により開発 を促進

ADDITIONAL SOFTWARE CAPABILITIES

温度変調 DSC

温度変調は、試料の熱容量の変化に関連する可逆成分 と非可逆成分を時間依存プロセスから分離するソフトウ ェア機能です。例えば、ガラス転移と緩和効果や蒸発が 重なって見えることがあります。温度変調DSC測定では、 正弦波状に変調された温度プロファイルが、基礎となる 平均線形加熱速度に重畳されます。その結果、熱流信号 も変調され(振動部分)、変調のない標準的なDSC信号 である全熱流曲線が得られます。ここから、非可逆成分 DSC信号と非可逆DSC信号を計算することができます。 分離を成功させるには、試料が温度変化に追従できるこ とが必要です。

Peak Separation

Peak Separationは選択した数学的アルゴリズムに基づいて、重なり合ったピーク温度やピーク面積をより詳しく 個別に検出します。このプログラムでは次のような関数 型を用いてピークを分離します。

ガウス関数、ローレンツ関数(コーシー分布)、擬似フォークト関数(ガウス関数・ローレンツ関数の和の近似)、 Fraser-Suzuki関数(非対称ガウス関数、ラプラス変換(両 側変換)、ピアソンの積率相関係数など。

Purity Determination (純度決定)

Purity Determinationはモル質量が既知の結晶性物質についてVan'tHoffの式をベースに共晶の不純物の割合を決定します。ここではDSC融解ピークの解析値が利用されます。

Kinetics Neo

NETZSCH Kinetics Neoは温度依存性の化学反応プロセスを解析するソフトウェアです。解析からカイネティクス (速度論解析)モデルが得られ、異なる温度条件下での 挙動データを正確に測定します。こうしたモデルを使用 して、ユーザー定義の温度条件下で化学反応挙動を予測 したり、プロセス最適化に応用したりすることができます。

ソフトウェアの特徴							
	Supreme	Select	Classic				
AutoCooling							
AutoCalibration							
レポート作成ツール							
AutoEvaluation							
Identify							
KIMWポリマー・ データベース							
OIT/OOT							
温度変調 DSC (TM-DSC)							
比熱容量 (c _p)							
Peak Separation							
Proteus [®] Search Engine							
LIMS サポート							
純度							
Kinetics Neo							
SmartMode							
ExpertMode							
定義済みメソッド							
TauR							
ASC (Automatic Sample Changer) サポート							
Proteus® Protect (CFR 21 part 11)							

■含む

ロオプション

ご要望に応じて、より多くの機能をご提供いたします。

物質はある明確な性質を持っていても、反応物質との化学反応によって別の性質を持つ物質に 変化する可能性があります。爆発のように一秒にも満たない短時間で瞬間的に終わる反応もあ れば、鉱物の生成のように何千年、何百万年という長い時間をかけて進む反応もあります。 反応速度論は化学反応速度論やカイネティクスとも呼ばれ、速度の観点から化学変化の進行を 調べて物質の反応速度を決定する方法論です。速度を左右する要因についても検討します。こ の知識があれば、基本的な化学反応の背景にある分子の詳細なメカニズムについても深い洞 察を得ることができます。

応用例

- 物性変化時の硬化時間測定を含む硬化プロセス中の硬化度予測。硬化プロセスにおける自己触媒反応、拡散律速反応、ガラス転移温度の変化等を考慮したシミュレーション
 →自動車産業、航空宇宙産業、塗料、エポキシ樹脂コーティング、複合材料、接着剤など
- 塗装プロセスにおける材料の粘度変化 → 塗料、コーティング、接着剤
- プロセスが複雑な反応のメカニズム。各反応とそのパラメーター情報(活性化エネルギー、反応次数、反応ステップ数、プロセス全体への寄与度など)
- ポリマーの急冷結晶化 → 射出成形
- バインダーの燃焼(脱脂)工程の最適化(短時間化/高品質化の追求)
 → 粉末冶金の焼結プロセス
 → セラミックス製造プロセスにおける焼結挙動
- 医薬品が活性を維持できる保存期間 → 医薬品研究 / 製造
- 特定の温度条件やある地点における実際の気候条件に即した、エポキシ樹脂コーティングやポリマー絶縁体のガス / 液体 / 電気系統への耐用時間
 → 包装材料
- 高エネルギー物質や危険物質の保管可能期
 - → 化学産業、軍需産業
 - → 熱暴走予測
- 断熱環境で24時間後に温度上昇率が最大となる(熱暴走に至る)ときの温度(ATD24)
 →熱的なリスク/危険性の予測



あらゆる化学反応に… Kinetics Neo

温度依存性の反応プロセスを 速度論的に解析

NETZSCH Kinetics Neo では温度依存性の化学反応プロセスを速度論的に解析します。解析結果からは速度論的反応モデルやメソッドが得られ、さまざまな温度条件における測定データが正確に記述されます。これらのメソッドやモデルを使用することで、ユーザー設定の温度条件下で化学反応挙動を予測したり、プロセス最適化に応用したりすることができます。

試料物質の反応プロセスの測定で得られた、物性変化を示すさまざまな熱挙動 を解析することが可能で、熱重量測定、熱膨張測定、示差走査熱量測定、フーリ 工変換赤外分光法、質量分析、レオロジー測定、断熱の温度分析など、各種の測 定をデータソースとして活用することが期待できます。

モデル解析機能では多段階反応の反応ステップ数を明らかにし、それぞれの反応について次のようなデータを把握できます。

- エンタルピー(DSC 発熱/吸熱 反応) 質量損失(TGA)
- 反応の種類
- 活性化エネルギー
- 前指数因子
- 反応の順序
- 自己触媒反応の順序
- その他の速度論的パラメーター
- 結晶化パラメーター

メリット

Kinetics Neoの主な利点は 不均一反応と界面反応の 両方を解析できること、 そして拡散や核生成を伴 う反応を解析できること です。

さらに、たとえば物質がガ ラス状態から非ガラス状 態へと変化するプロセス など、拡散律速段階を含 む測定分析もおこなうこと ができます。



信頼性の高い 反応予測 とプロセス

エポキシ系接着剤の 硬化挙動分析

- 所定時間で目標の硬化度を達成するのに必要な最低温度は?
- 指定した温度プログラムでの硬化率 は?

熱硬化性樹脂の架橋中にガラス転移が起 こる場合、異なるメカニズムで支配され た2つの領域に反応を分けて考えること ができます。

ガラス転移点より上の温度での反応は化 学変化で、アレニウスの式であらわすこと ができます。ガラス転移点付近では拡散 により挙動が支配されます(拡散律速)。 ガラス転移点付近の反応速度は両プロセ スの影響を受けるため、反応挙動の速度 変化を考慮するには拡散律速アルゴリズ ムを用いて速度論的反応モデルを拡張す る必要があります。

図 A は 7 パターンの昇温速度で硬化プロ セスの DSC 測定をおこなったデータ (点 線) に、拡散律速を考慮したモデルによる シミュレーション (実線)をフィッティング したグラフです。このモデルを使用すれば 異なる温度条件下での反応速度を予測で きることがわかります。

図 B はガラス転移温度と硬化度の測定デ ータ(点)に Di Benedetto の式(実線)を フィッティングしたグラフです。

図 C は複数パターンの等温保持条件で 硬化測定をおこなったグラフです。反応率 が高くなると拡散律速により硬化速度は 遅くなります。たとえば反応率 90%の状 態で硬化が達成されるのに、110℃では 52 分、120℃では 26 分、140℃では 8.7 分かかります。

図 D は長時間の反応をシミュレーション した時間-温度変態 (TTT) 図のグラフで す。



ポリマーバインダー燃焼(脱 脂)プロセス最適化による品 質向上

粉末冶金の製造工程では、結合性向上 のためにポリマーバインダーが添加さ れます。

しかし焼結時の一次昇温速度が速すぎると、バインダーから発生した気体により微細なひびができることがあります。 実際の製造工程では、次の2点について両者のバランスをよく考慮する必要があります。

- 昇温速度が遅いと処理時間が長く なる
- 昇温速度が速いとポリマーの熱分解 による気体発生が急激になり、 製品損傷のおそれがある

トンネルキルンを用いた焼結工程で は、処理時間と製品品質のバランスが 最適化されるように、プロセス全体の温 度条件を決定していく必要があります。

図 A は複数パターンの昇温速度で熱重 量測定をおこなったデータの解析結果 です。ここで使用した 3 ステップ反応モ デルがすべての測定データによくフィッ トしています。適合度が高いほど、予測 の精度も向上します。

図 B はバインダー燃焼(脱脂)プロセスの温度プロファイルを最適化したグラフです。プロセスを通じて質量損失速度を0.05%/min に維持することで品質が保たれます。

図 C は 5 段階トンネルキルンの焼結工 程でバインダーバーンアウト(脱脂)プ ロセスを最適化させる温度プログラム を各ゾーンに適用したときの質量損失 を予測したグラフです。









DSC 300 Caliris[®] Supreme & Select



校正用基準物質 配置スペース(12個分)

作業を大幅に効率化する自動試料交換システム

着脱式の試料トレイで簡単に試料を用意

本装置はASC (オートサンプラー) に対応しており、試料96 個を収納可能な着脱式マイクロプレートトレイを2つ使用 できます。装置とは離れた場所で試料を準備でき、割り当て処理の手順も明確です。それぞれの試料トレイは片面が 標準化されており、シリアル番号などの識別子を二次元コード化して印刷しているために容易に識別できます。複数 のオペレーターが同じDSC装置で別々のトレイを使って作業する場合などは特に役立ちます。

待機中の環境による影響を低減

ASCトレイ上で待機中の試料が周囲の環境(湿度など)の影響を受けにくいように、トレイにはカバーが装備されています。トレイとカバーの間はガスをパージして不要な雰囲気との接触を防止します。

DSC 300 Caliris[®] Classic



複数の試料をまとめて処理する必要 がある用途やルーチンワークには、 最大 20 個の試料をセットできるオ ートサンプラー(ASC)をオプション で使用できます。グリッパーがトレイ から試料容器を安全に取り出し、セ ンサー上の適切な位置へ丁寧に配 置します。測定の用途に応じて基準 物質の試料容器も交換できます。

Proteus®ソフトウェアのSmartMode ではASCのプログラム処理を簡単 に設定できます。この機能ではトレ イ上の各試料にそれぞれ特定の測 定プログラム(メソッド)を割り当て られます。試料容器種類、雰囲気ガ ス、校正基準が異なっていても、同じ トレイ内で処理することが可能で す。測定済みの試料は本体のごみ箱 に自動廃棄されます。24時間365 日の無休運用の場合でも事前に設 定しておけば、トレイ上の測定済み 試料容器を次の容器に置き換えて 測定メソッドを改めて適用し、処理 を継続します。



DSC 300 Caliris® の3つのバリエーション すべてにオプションとASCを用意

Photo-Calorimetry with Automatic Sample Changer – ポリマーのUV硬化反応を完璧に測定

フォトカロリーメーターやUV-DSCは、UVや光照射による硬化反応を調べる のに適した装置です。UVアクセサリーを装備したDSC 300 Caliris®では、ライトガ イドがオートサンプルチェンジャーの加熱炉蓋部分に常設されているため、 すぐにUV-DSC測定に対応することができます。通常のDSC測定に戻すことも 容易で、全温度範囲に対応します。UV光源としては、OmniCure®S 2000 (波長 範囲: 320 nm~500 nm)、LX500 (波長範囲:400 nm~365 nm) があります。 また、その他の市販UV-光源を適応することも可能です。 UV-DSCシステムでは測定時の温度、ガス雰囲気、光量、露光時間の選択が可 能です。

推奨UVランプ*

波長範囲

OmniCure[®] S2000

320 nm \sim 500 nm

LX500

* 市販のランプも適用可能。

365 nm, 385 nm, 395 nm, 405 nm

The Benefits to You

- 医薬品、化粧品、食品における紫外線安定剤の影響(老化効果)の研究
- ポリマー樹脂、塗料、インク、コ ーティング剤、接着剤の(UV)
 光による硬化の測定
- 自動サンプルチェンジャー (ASC)を提供する唯一の光 DSC



異なる温度で測定したUVインクの硬化状況



図1では、サンプルとリファレンスを 異なる等温で、サンプルが硬化する まで紫外線を照射しています。この 場合、硬化は温度の違いによる影響 をほとんど受けません。したがって、 このサンプルの反応性は照射に依 存するだけである。さらに、このよう な光DSC実験は、照射強度を変えて 実施することも可能です。

UV接着剤の硬化・後硬化について



UV接着剤は、医療やエレクトロニク ス分野でよく使われるアクリレート 系やエポキシ系の樹脂です。特殊な UV光源を照射することで重合・硬化 します。さらに、最適な材料特性を得 るために、熱によるポストキュアエ 程が必要な場合も多い。

NETZSCH photo-DSC 300 Caliris®では、 このような硬化プロセスを1回の測 定でモニターすることが可能です。 まず、試料を室温で2分半硬化させま した(図3参照)。

その後、100℃までの最初の加熱(図 4の青い曲線)では、18℃でのガラス 転移と60℃でのポストキュアを示し ています。2回目の加熱(図4の赤色 の曲線)では、ポストキュアは起こら なくなり、ガラス転移は22℃で最終 的に決定することができます。

ア効果(青色曲線)および最終ガラス転移(2回 目の加熱曲線で決定、赤色曲線)。



指定の温度範囲に合わせ、空気冷却から液体窒素冷却ま で四種類の冷却オプションが用意されています。液体窒 素冷却はLN₂(液体窒素)モードとGN₂(気体窒素)モード を選択して、液体窒素を節約できます。

電気冷却では-70℃/-90℃~600℃の温度範囲が達成さ れます。最上位仕様のDSC 300 Caliris® Supremeでは、加熱炉や カバーなど装置自体の構成を変更せずに液体窒素冷却 を使用でき、-180℃~750℃という最大の温度範囲を実現 します。 DSCの標準デュワー(60 L)に大型のLN₂タンク(例: 300 L) を接続すると、長時間の測定時や連続測定時にLN₂を自 動で補充できます。窒素の再充填のために測定を中断す る回数を大幅に減らし、ASCを利用した長時間測定を簡 単に実行できます。

Proteus®ソフトウェアで提供されるAutoCooling(自動冷却)機能では接続されている冷却ユニットを自動検出し、 定義された温度プログラムに必要な冷却装置だけをを 作動させることができます。

必要であれば、液体窒素冷却装置とイントラクーラーを同時に接続することもできます。この場合は、 温度が-40℃/-70℃または-90℃以下になったときにのみ液体窒素冷却の作動が開始するため、液体窒素の消 費をさらに抑えることができます。

	Supreme				Classic		
	H-Module	P-Module	S-Module	H-Module	P-Module	S-Module	
LN ₂ /GN ₂ * Cooling	-180°C~ 750°C	-170°C~ 600°C	-170°C~ 600°C	-180°C ~ 650°C	-170°C~ 600°C	-170°C~ 600°C	-170°C~ 600°C
Intra- cooler	-90°C ∼ 600°C	-70°C/ -40°C** ∼ 600°C	-70°C/ -40°C** ∼ 600°C	-90°C ∼ 600°C	-70°C/ -40°C** ∼ 600°C	-70°C/ -40°C** ∼ 600°C	-70°C/ -40°C** ∼ 600°C

* GN_vによる冷却

** イントラクーラーバージョンによる

APPLICATIONS





比熱容量は物質の熱物性のなかで も非常に重要なパラメーターです。 比熱容量がわかれば物質の加熱に 必要なエネルギー量を計算すること ができるため熱的なシミュレーショ ンをおこなう場合に特に必要とされ ます。

左の図はサファイアを740 ℃まで加熱して比熱容量を調べたグラフです。測定はDIN EN ISO 11357-4に規定された手順に沿って実施されています。青の曲線は測定値、緑の曲線は文献値をあらわしており、良好な相関関係が示されています。最高温度の達成時点でも偏差は1%未満に収まっています。

サファイアディスク (84mg) の比熱容量測定 昇温速度:20K/min、雰囲気:窒素 (20ml/min)。 H-Module使用。





アルミニウムは660℃で融解するため、600℃を上回る温度帯での測定にはアルミニウム以外の試料容器を使用する必要があります。

左の図はアルミニウム試料をプラチ ナ容器に入れてDSC測定をおこなっ たグラフです。二金属間の反応を避 けるため、プラチナ容器にはアルミ ナライナーを敷設しています。これ は時定数と熱量感度が影響を受け やすい繊細な試験ですが、おこなわ れた二度の測定は非常に良好な再 現性を示し、融解開始温度とエンタ ルピーの偏差は1%未満を実現しま した。

H-Moduleを使用したアルミニウムのDSC測定。 サンプル質量:約12mg、雰囲気:N₂





DSC を用いたガラス転移測定。2回目加熱を比較。明瞭化のため Y 軸方向に曲線をシフト。 試料質量:約10mg、昇温速度:10 K/min

高分子材料のガラス転移点(T_)は、硬い「ガラス状」から柔らかい「ゴム状」へ変化する温度範囲を示します。たとえば エラストマーの使用可能温度範囲はガラス転移点に左右されます。ガラス転移は品質管理において重要な意味をも つ特性です。ガラス転移点を把握できれば加工条件の最適化、製品性能の確保、材料特性の一貫性維持に応用でき、 最終製品の全体的な品質と信頼性の向上につながるためです。

材料の種類によってはガラス転移が幅広い温度範囲にわたって観察されます(エラストマー、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂など)。ガラス転移点(Tg)では特に比熱容量が変化するので DSC を用いると容易に検出できます。 DSC 300 Caliris® Classic はさまざまな冷却装置を接続できるため、各種材料の Tg を同じ装置で測定できます。



PE-HD 2 種の OIT 測定

グレードの異なる 2 種類の PE-HD 試料による OIT 測定結果。酸化安定性に差が見られた 試料質量:10.5 mg±0.2 mg、昇温速度:20 K/min、試料容器: AI、フタなし、220℃で雰囲気 を窒素から合成空気雰囲気に切り替え 酸化誘導時間(OIT)は、安定物質の 酸化分解に対する抵抗力の相対的 な指標で、熱量変化の測定から求め られます。試料を不活性ガス中で定 常的に加熱し、酸素または空気に同 じ速度で曝露します。試料を不活性 ガス中で定常的に加熱し、酸素また は空気に同じ速度で曝露します。

左の図は、グレードが異なる 2 種類 の PE 試料について OIT 測定をおこ なった結果を示しています。220℃で 空気雰囲気に切り替えると酸化に対 する安定性に差が出ています。酸化 安定性は青色曲線の試料の方が高 いと結論付けられます。こうしたデー タは 有機材料や高分子材料を使用 した、PE パイプなどの品質評価に非 常に役立ちます。



高密度ポリエチレンの等温結晶化

熱可塑性物質の結晶化挙動をより深く-理解するのが等温結晶化測定です。 この測定で得られるデータは材料の 加工条件設定などに応用されます。

高密度PEを測定した右のグラフから は、通説どおり等温保持温度が低く なるにつれて試料のピークの傾きが 急になり、より早くピークの最小値に 到達していることがわかります。これ は結晶化速度が上がることを意味し ます。また、等温保持温度が低いほ ど最終的な結晶化エンタルピー(ピ ーク面積)が大きく、結晶化度が高い ことも示されています。

このDSC測定では冷却を高速でおこ なう必要があります。(右下図参照) 。Pモジュールには高速冷却機能が 搭載されています。





P-Moduleで測定した異なる温度での結晶化を測定。サンプル質量:約5.5mg、 アルミニウム製サンプルパン: Concavus (貫通蓋付き)、雰囲気:N,



PET結晶化過程における冷却の影響





P-ModuleによるPET測定。サンプル質量:約5.5mg; アルミパン:コンカバス(貫通蓋付き);雰囲気: N₂;10K/分で2回目の加熱 ポリエチレン樹脂(PET)は広く一般 に使用されている半結晶性の熱可 塑性ポリマーです。PETの結晶化度 は結晶化速度に影響されます。急速 に冷却すると、その後の加熱昇温過 程で冷結晶化が顕著にあらわれるよ うになります。

左の図はPETをDSC測定したグラフ です。ガラス転移による吸熱反応 (80℃付近)、冷結晶化による発熱 反応(ピーク温度150℃付近)、融解 による吸熱反応(ピーク温度247℃ 付近)などのさまざまな反応が示さ れています。物質の結晶化度は融解 と冷結晶化のエンタルピーによって 決定されます。 物質中のアモルファスの割合がガラ

ス転移に反映されます。 ガラス転移点では比熱が変化しま す。この変化が大きいほどアモルファ スの割合が大きいことを示します。

昇温速度	ガラス転移		結晶化		融解		結晶化度
[K/min]	∆ c [J/(g⋅K)]	中間点 [°C]	エンタルピー [J/g]	温度 [°C]	エンタルピー [J/g]	温度 [°C]	[%]
10	0.240	77.7			42.49	246.4	30.35
20	0.253	77.8	-18.11	147.7	38.44	246.7	14.35
50	0.368	77.9	-32.68	149.5	38.61	246.8	4.24
100	0.379	78.1	-34.15	150.1	38.42	247.0	3.05
200	0.394	78.2	-34.48	150.0	38.38	246.9	2.79

Eudragit[®] L100-55の温度変調 DSC 測定





パラセタモールの結晶多形



パラセタモールの DSC 測定 (青曲線: 1 回目加熱、緑曲線: 2 回目加熱) 試料質量: 1.54 mg、昇温・冷却速度: 10 K/min、1 回目加熱: 25℃~190℃、冷却: ~25℃、2 回目加熱: 25℃~190℃、雰囲気: N_ッ、試料容器: *Concavus*® AI 容器 + 孔あきフタ



Eudragit® はアクリル酸とメタクリル 酸のエステルおよび誘導体をベース とした非晶質共重合体(コポリマー) 製品です。このコポリマーの機能的/ 物理的特性は、基本的にはポリマー に選択したモノマーとその特性に依 存します。こうした特性はガラス転移 温度などにも影響を与えます。 ここで試料として使用したEudragit® L100-55は、市販の薬剤で実際に腸 溶性コーティング剤として採用され ている製品です。 加熱中、様々な影響が生じます。さら に詳しく調べる為に、温度変調測定 が実行されました。温度変調測定は 定速昇温に正弦波の温度変調を重 ね合わせて制御することで、標準的 なDSC曲線を構成するすべてのシグ

ナルを可逆成分と非可逆成分に分離できる技術です。左図のグラフでは水分放出などの時間依存性プロセスが非可逆シグナル曲線に検出されています。可逆シグナル曲線には熱容量の変化のみが含まれていますが、これがEudragit®のガラス転移に関連する情報です。

パラセタモールはアセトアミノフェン とも呼ばれ、解熱・鎮痛用の市販薬と して広く一般に使用されています。 パラセタモールは多形挙動を示しま す。多形とは物質が同じ化学組成を 保ちながら結晶構造を変えて存在で きる能力です。

パラセタモールは | 形、||形、||形と 呼ばれる 3 つのバリエーションが知 られており、一形はその中でもっとも 安定した形態でかつ、速くよく溶ける ので、特に多く使用されています。 左図はパラセタモールの DSC 測定 をおこなったグラフです。温度と速度 を制御しながら、あいだに冷却ステ ップを挟んで2回加熱しています。1 回目の加熱では 169℃ で吸熱ピー クの開始が検出されており、これは |形の融点の値とよく一致していま す。低温または結晶化後のプロセス により、82.7℃の形態Ⅲが生成され る。形態IIIは形態II(ピーク温度 132.7℃)に変化し、最終的に157℃ で融解します。

香辛料の適切な保存条件



水分含量の異なるターメリック3 試料の DSC 測定。試料質量: 10.71 mg / 10.05 mg / 11.03 mg、試料容器: *Concavus*® AI 密閉容器、昇温速度: 10 K/min、測定温度範囲: -170 ~ 120 °Cまで加熱。

緑曲線: 受領時状態粉末、青曲線: 湿潤粉末 (相対湿度 100%、室温で 20 分間放置)、紫曲 線: 乾燥粉末 (粉末を 80℃で 45 分間乾燥)

市販リップスティック 二種のDSC測定





市販リップスティックのDSC測定。Sモジュール使用 試料質量: 10.28 mg、昇温速度: 5 K/min、試料容器 密閉型アルミニウム、 雰囲気 窒素グラフは 2 回目加熱(青)とDSC積分曲線(赤)



ターメリック(別名ウコン、クルクマ) はショウガ科の植物の根茎から採れ る香辛料です。抗炎症作用と抗酸化 作用を持つ黄色の色素で、食品添加 物 E 100 として使用されています。

市販のターメリック粉末のガラス転 移温度(T_)は-2.1℃(中点)で、非晶 質であることがわかります。香辛料な どの粉末製品のガラス転移温度 (T_)は、その品質と保存期間の両 方に影響を与えます。粉末はT_を超 えると柔らかくなって粘り気が増し、 粒子が固化することがあります。つま り、香辛料を乾燥させて粉砕し、粉末 製品に加工する過程でかたまりをつ くらないようにするためにもT_を理 解しておくことは重非常に重要です。

左図の例では、湿度 100% で 20 分 間放置した場合のガラス転移点は -39℃ にシフトしています(青曲線) が、あらかじめ乾燥室で乾燥させた 場合のガラス転移点は 83℃ となり ます(紫曲線)。

リップスティックはヒマシ油、ヤシ 油、カルナウバロウ、ミツバチロウな どの油脂、ワックス、オイル類から作 られ、軟化剤や着色顔料等の添加物 が含まれています。たとえばカルナ ウバロウは80℃を超えないと融解し ませんが、こういった融点の高い成 分は製品を長持ちさせます。それと 同時に融点の低い成分を含めること で滑らかで均一な塗り心地を実現し ます。

左の図は市販のリップスティック を-60 ℃ ~ 100 ℃ で加熱した測定 では、複雑な材料配合が反映され、 少なくとも7点の吸熱反応が起きて いることが分かります。

上の積分曲線(赤)には融解の進捗 があらわれています。25℃で混合物 の65%がすでに融解(液化)していま すが、残りの35%(100-65)はまだ固 体です。固体脂含有量が25℃では35 %、37℃(体温)では約32%となるこ とが示され、指定した温度範囲で融 解する油脂、ワックス等の総量によっ て変化があると考えられます。

	DSC 300 Caliris®						
		Supreme			Select		Classic
タッチディスプレイモニター							
仕様モジュール	自由に選	択・アップグレ	ード可能		固定		-
Module type	Н ★	Р 🚱	s 🔘	н 🏎	Р 🚱	s 🔘	-
最高温度/℃	750	600	600	650	600	600	600
温度精度 /K (インジウム)*	± 0.05	± 0.1	± 0.1	± 0.05	± 0.1	± 0.1	± 0.1
昇温/冷却速度 K/min**	0.001 ~ 200	0.001 \sim 500	0.001 ~ 100	0.001 ~ 200	0.001 ~ 500	0.001 ~ 100	0.001 ~ 100
LN ₂ 冷却最低温度 °C/min	-180	-170	-170	-180	-170	-170	-170
イントラクーラー冷却 最低温度°C/min.	-90	-70/-40	-70/-40	-90	-70/-40	-70/-40	-70/-40
圧縮空気冷却最低温度 °C/min	<0	<0	<0	<0	<0	<0	<0
密閉設計							
雰囲気ガス			不活'	性/酸化、固定/	/変動		
内蔵型 3系統 MFC	•	•				•	
4統系 MFC***				-	-	-	-
ASC (試料192+基準物質12)							-
ASC (試料 20)	-	-	-	-	-	-	
穴開け構機							-
100 Hz データ取得							_
エンタルピー精度/%		<1%(アダ	マンタン、イ	ンジウム、亜鉛	出)、< 2%(そ	の他物質)	
測定範囲/mW	±750	± 750	±650	±750	±750	± 650	±650
無期限保証***							

* 測定値と「真値」(文献値)との偏差

** 冷却装置によって異なる

*** ガス混合用 ****

メンテナンス契約に関連して

■ 標準搭載機能
□ オプション

Technical Specifications

NETZSCH Groupは、ドイツに本社を置く国際的なテクノロジー企業です。 事業部門は Analyzing & Testing (分析・試験)、Grinding & Dispersing (粉砕・分散)、Pumps & Systems (ポンプ・システム)に分かれており、それぞれが高度な専門業務を担い、ソリューションを提供して います。36か国の営業・サービス拠点に4000人以上のスタッフを擁し、世界中のお客様に専門的な サービスを身近でご利用いただいています。

わたしたちは高いパフォーマンス基準を自らに課しています。1873年からその正しさを証明し続ける、すべてにおいて卓越したパフォーマンスを提供する「Proven Excellence」をお約束します。

熱分析、熱量測定(断熱・反応)、熱物性測定、レオロジー、耐火試験はNETZSCHにおまかせください。わたしたちは60年にわたるアプリケーションの経験、幅広いラインナップの最新装置、包括的なサービスを提供し、お客様のあらゆる要求を満たすだけでなく、あらゆる期待を上回るソリューションをお届けします。

Proven Excellence.



ネッチ・ジャパン株式会社

営業本部・テクニカルサポートセンター 〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町3-9-13 Tel:045-453-1962(代) Fax:045-453-2248

大阪営業所 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島3-23-15 Tel:06-6308-5550(代) Fax:06-6308-5610





www.netzsch.com 発行日:2024年8月1日